PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

08-157894

(43)Date of publication of application: 18.06.1996

(51)Int.CI.

C11D 11/00 C11D 1/28

C11D 17/06

(21)Application number: 06-329536

(71)Applicant: LION CORP

(22)Date of filing:

02.12.1994

(72)Inventor: ISHIKAWA TSUTOMU

INOTSUKA TAKASHI HASHIMOTO SHINICHI

ABE SEIJI

(54) PRODUCTION OF POWDERED SURFACTANT AND PRODUCTION OF GRANULAR DETERGENT COMPOSITION USING THIS METHOD

PURPOSE: To efficiently obtain a surfactant powder of high concentration with excellent fluidity at elevated temperature, by powdering the concentrate of the aqueous slurry of an anionic surfactant after cooling.

CONSTITUTION: At first, a slurry of an anionic surfactant (preferably a salt of α-sulfo fatty acid alkyl ester) of at least 50wt.% preferably more than 60wt.% concentration is concentrated in a concentrator to bulk material of less than 10%, preferably less than 7% water content. Then, the concentrated bulk is powdered after cooling to 20-70° C, preferably 20-60° C. In the concentration treatment, it is efficient that the slurry is heated to 100° C or higher under atmospheric pressure and flash evaporated in an evaporator under reduced pressure. It is more desirable to pelletize the cooled concentrated bulk in the presence of inorganic particle of less than 20µm average particle size using an extruder and then powdered.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

02.08.1996

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than

the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2866955 25.12.1998 [Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

PAR SEE STORY

(11)特許出願公開番号

特開平8-157894

(43)公開日 平成8年(1996)6月18日

(51) Int.Cl.⁶

酸別記号 庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

最終頁に続く

C11D 11/00 1/28

17/06

審査請求 未請求 請求項の数5 FD (全 8 頁)

(74)代理人 弁理士 臼村 文男

(21)出願番号 特願平6-329536 (71)出願人 000006769 ライオン株式会社 (22)出願日 平成6年(1994)12月2日 東京都墨田区本所1丁目3番7号 (72)発明者 石川 努 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ ン株式会社内 (72)発明者 猪塚 隆 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ ン株式会社内 (72)発明者 橋本 信一 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ ン株式会社内

(54) 【発明の名称】 界面活性剤粉体の製造方法およびそれを用いた粒状洗剤組成物の製造方法

(57)【要約】

【構成】 アニオン界面活性剤を50重量%以上含む水 性スラリーを、濃縮装置を用いて水分含有量10%以下 の濃縮塊状物した後に粉体化する際に、濃縮後に20~ 70℃に冷却する工程を経た後に、硫酸カリウム、炭酸 カリウム、炭酸水素カリウム、硫酸ナトリウム、炭酸ナ トリウム、炭酸水素ナトリウム、ゼオライト、微粒子シ リオまたは珪酸カルシウムを加えてペレット化し、粉体 化して界面活性剤粉体を製造する。

【効果】 高濃度に界面活性剤を含有したアニオン界面 活性剤粉体を効率よく製造することができ、また、この 粉体を用いて粒状洗剤組成物を効率よく製造することが できる。特に、髙温において流動性が劣化しやすいα-スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を含むアニオン界面 活性剤粉体あるいは粒状洗剤組成物を容易に製造するこ とができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも一種のアニオン界面活性剤を50重量%以上含む水性スラリーを、濃縮装置を用いて水分含有量10%以下の濃縮塊状物した後に粉体化する際に、濃縮後に20~70℃に冷却する工程を経た後に粉体化することを特徴とする界面活性剤粉体の製造方法。

【請求項2】 冷却工程後の濃縮物に、粒状ゼオライト、微粒子シリカおよび粒状炭酸ナトリウムから選ばれる少なくとも一種の無機粒子をアニオン界面活性剤純分100重量部に対して1~20重量部添加し、粉砕して粉体化する請求項1に記載の界面活性剤粉体の製造方法。

【請求項3】 冷却工程後の濃縮物をペレット化し、このペレットを粉砕して粉体化する際に、ペレット成形時に硫酸カリウム、炭酸カリウム、炭酸水素カリウム、硫酸ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、ゼオライト、微粒子シリオおよび珪酸カルシウムから選ばれる少なくとも一種の無機粒子を、アニオン界面活性剤純分100重量部に対して1~30重量部混合する請求項1に記載の界面活性剤粉体の製造方法。

【請求項4】 アニオン界面活性剤が、 α - スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩である請求項 $1 \sim 3$ のいずれか一項に記載の界面活性剤粉体の製造方法。

【請求項5】 請求項1~4にいずれか一項で得られた 界面活性剤粉体を、少なくとも一種のアニオン界面活性 剤を含む噴霧乾燥工程を経て得られた粒状洗浄剤基材と とも、捏和後の粉砕造粒または撹拌造粒により造粒する ことを特徴とする粒状洗剤組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、高濃度にアニオン界面活性剤を含んだ界面活性剤粉体の製造方法、およびそれを用いた粒状洗剤組成物の製造方法に関する。

[0002]

【従来の技術】アニオン界面活性剤は、一般に中和により水性スラリーとして得られるため、濃縮化あるいは粉体として取り扱うためには、何らかの方法で水分を除去することが必要である。そこで従来から種々の濃縮化ないしは粉体化方法が提案されており、例えば以下の報告例がある。

【0003】(1)特開昭54-106428号公報: 噴霧乾燥法により高級アルキル硫酸塩の粒状化品を製造する方法であるが、噴霧乾燥法を利用するためにエネルギー負荷が大きい。

(2)特開昭55-69698号公報:噴霧乾燥法によりアニオン界面活性剤とノニオン界面活性剤との混合粒状化品を製造する方法であるが、同様に噴霧乾燥法を利用するためにエネルギーロスが大きい。

【0004】(3)特開平2-86700号公報:界面

活性剤ペーストとビルダーを混合したドウを形成後に冷却粉砕して粒状化する方法である。20℃以下に冷却する余分な工程を必要とするため、工業的に不利である。

(4)特開平5-331496号公報:薄膜蒸発機を用いて高嵩密度洗剤用ペーストを製造する方法であるが、活性剤の粉体化には至っていない。

【0005】(5)特開平5-33146号公報:薄膜蒸発機を用いてアニオン界面活性剤の粒状化品を製造する方法であるが、活性剤単独で造粒するために40℃以上の高温における流動性が悪い懸念ある。実際、実施例においてはアルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩に限定されており、α-スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩は、濃縮直後の高温下での粉砕による粒状化は困難である。

【〇〇〇6】また一方、界面活性剤を原料の一部として 用い、粒状洗剤を製造する方法も提案されており、例え ば以下の方法が知られている。

(1)特開平4-345700号公報: αースルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を中性ビルダーで粉体化し、他の洗剤成分粉体と粉体ブレンドすることにより粒状洗剤を製造しているが、粉体ブレンドであるため均一性に欠ける。

【0007】(2)特開平6-128596号公報、同6-128597号公報:アニオン界面活性剤粉体化品とゼオライトを含む粒子を捏和・粉砕することにより、あるいは撹拌造粒することにより粒状洗剤を製造する。活性剤粉体化品中でのビルダー量が30%以上と多く、活性剤濃度が低いため、洗剤化するためには大量の粉体化品が必要となる。また、界面活性剤の粉体化時に冷却をしないプロセスであり、本発明とは製造方法が基本的に異なる。

[0008]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、多大なエネルギーを必要とする噴霧乾燥を用いずに、高温下での流動性に優れた、界面活性剤を高濃度に含有した粉体の効率的な製造法およびこの粉体を用いた高温流動性に優れた粒状洗剤組成物の製造方法を提供するものである。

【0009】さらには、特に、高温下で付着性の強いαースルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を高濃度に含有した粉体の効率的な製造法およびこの粉体を用いた粒状洗剤組成物の製造方法を提供するものである。

[0010]

【課題を解決するための手段】本発明の界面活性剤粉体の製造方法は、少なくとも一種のアニオン界面活性剤を50重量%以上含む水性スラリーを、濃縮装置を用いて水分含有量10%以下の濃縮塊状物した後に粉体化する際に、濃縮後に20~70℃に冷却する工程を経た後に粉体化することを特徴とする。また、本発明の粒状洗剤組成物の製造方法は、上記の界面活性剤粉体を、少なくとも一種のアニオン界面活性剤を含む噴霧乾燥工程で得

られた粒状洗剤基材とともに、捏和後の粉砕造粒または 撹拌造粒により造粒することを特徴とする。

[0011]

【発明の実施態様】本発明の出発原料である水性スラリー中のアニオン界面活性剤濃度は50重量%以上、好ましくは60重量%以上である。この濃度が50重量%未満の場合は、スラリー中の水分含有量が多いため、濃縮工程での水分蒸発機の負荷が大きすぎる可能性がある。本発明で用いられるアニオン界面活性剤としては、硫酸塩、スルホン酸塩、カルボン酸塩、リン酸塩等があり、硫酸塩としては以下のものが例示される。

【0012】(1) 平均炭素数10~18のアルキル基またはアルケニル基を有する高級アルコール硫酸エステル塩。

(2)飽和または不飽和のアルコール残基の平均炭素数が10~18で1分子内に平均0.5~8モルのエチレンオキサイドを付加した高級アルコールエトキシレート硫酸塩。

【0013】スルホン酸塩としては、以下のものが例示できる。

- (1) 平均炭素数 10~18のアルキル基またはアルケニル基を有する直鎖または分岐鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩。
- (2) 平均炭素数 10~18のα-オレフィンスルホン酸塩。
- (3) 飽和または不飽和の脂肪酸残基の平均炭素数が 1 0~20、エステルのアルキル基の炭素数が 1~5の α スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩。カルボン酸塩としては、石鹸等が挙げられる。

【0014】本発明では、このようなアニオン界面活性 剤を合計量で50重量%以上含む水性スラリーを噴霧乾 燥機以外の濃縮装置を用いて水分10重量%以下、好ま しくは7重量%以下まで水分を蒸発、濃縮する。濃縮後 の水分が10重量%を超えると、それを70℃以下に冷 却しても、アニオン界面活性剤を高濃度に含む濃縮物 は、塊状というよりむしろスラリー状であり、ハンドリ ングが困難となる。

【0015】濃縮のための装置および方法は、大気開放型の混合機(縦型ニーダー、リボンミキサー等)により、70~120℃の温度で1~10時間撹拌し濃縮する方法や、薄膜蒸発機(エバオレータ:桜製作所製、がぜバ;神鋼パンテック社製等)を用いて真空蒸発により濃縮を行う方法などがあり、ドラム式濃縮機(CDドライヤー;西村鉄工所製等)、セルフクリーニング型濃縮機(SCプロセッサー;栗本鉄工所製等)、カスタムドライヤー(大川原製作所製)等を用いることもである。また、常圧で100℃以上にスラリーを加熱したある。また、常圧で100℃以上にスラリーを加熱した。。この方法によれば、濃縮後の温度を低下させることができ効率的であり、装置としてはSVC濃縮機(佐久

間製作所製)等がある。

【 O O 1 6 】濃縮により水分含有量が 1 O 重量%とされた濃縮物は一般に塊状物であるが、濃縮直後の温度は通常 7 0℃を超える高温であり、アニオン界面活性剤の物性からこのような高温では付着性が強くなるため、即座に粉砕機等による粉砕を行なうことは不可能である。そこで本発明では、粉砕、ペレット化のような後処理に先立って冷却工程を施して、十分処理が可能な低付着性とする。この冷却温度は 2 O ~ 6 0℃である。

【 O O 1 7 】濃縮後に必須な冷却のための装置および方法は、空冷却やベルト式真空冷却機(ベルマックス:大川原製作所製、スチールベルト式冷却装置;サンドビック社製等)を用いて行うことができる。特に、冷却した後に直接フレーク化する装置としては、ドラム式冷却機(ドラムフレーカー;楠木機械製作所製、ダブルドラムドライヤー;カンソーン社製等)があり、より効率的である。このように、目的とするアニオン界面活性剤含有粉体を冷却と同時にフレーク状の状態で得ることもできる。

【0018】冷却されたアニオン界面活性剤濃縮物は、 直接粉砕して、またはペレッターでペレット化して粉砕 して、あるいはフレークを粉砕して、アニオン界面活性 剤粉体とすることできる。

【0019】粉砕に際しては、粉砕助剤を用いることも可能であり、助剤の種類としては平均粒径20μm以下の無機粒子が好ましく、粒状ゼオライト、粒状炭酸ナトリウム、ホワイトカーボン等の微粒子シリカなどが用いられ、助剤量としては濃縮品100重量部に対して1~20重量部が好ましく、2~10重量部がより好ましい。粉砕助剤を用いることにより、効率的に粉砕処理を行なえる。

【0020】フレーク化または粉砕後に、物性改良のために平均粒径20μm以下の無機粒子を混合し、コーティングすることも可能であり、ゼオライト、炭酸ナトリウム、ホワイトカーボン等が用いられ、コーティング量としては濃縮品100重量部に対して1~20重量部が好ましく、1~5重量部がより好ましい。用いられる粉砕機の種類としては、フィッツミル(ホソカワミクロン社製)、スピードミル(岡田精工社製)等が用いられる。

【OO21】前述のように、アニオン界面活性剤濃縮物は、冷却後に、直接粉砕、フレーク化後粉砕またはペレット化後粉砕して粉体化することが好ましいが、より好ましくは冷却後に粉砕可能な大きさとするために、押出し機などによりペレット化し、粉砕を行なう方法がある。さらに本発明者らは、ペレット成形時に無機粒子を添加することにより、得られるアニオン界面活性剤粉体の40℃以上の高温における流動性の劣化を改善できることを見い出した。

【〇〇22】このペレット成形時に添加する無機粒子としては、硫酸カリウム、炭酸カリウム、炭酸水素カリウム、硫酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、ゼオライト、微粒子シリカ、珪酸カルシウムなどが好適である。このら無機粒子の添加量は、アニオン界面活性剤純分1〇〇重量部に対して1~3〇重量部が好適であり、好ましくは5~2〇重量部である。この添加量が1重量部未満では効果が発現せず、一方、3〇重量部を超えると、粉体化品中の活性剤濃度が低下するため好ましくない。

【0023】用いられるペレッターの種類としては、ペレッタータブル(不二パウダル社製)等がある。粉砕により得られるアニオン界面活性剤粉体の平均粒径は200~1500 μ mとすることが好適であり、好ましくは400~1000 μ mである。得られたアニオン界面活性剤粉体は、高濃度に活性剤分を含み、しかも流動性、特に高温での流動性に優れている。よって、高温下での流動性が劣化しやすい α -スルフォ脂肪酸アルキルエステル塩の粉体化に好適である。

【 O O 2 4 】本発明で得られたアニオン界面活性剤粉体は、そのまま一般の活性剤原料として使用でき、また、粒状洗剤組成物の活性剤原料としても使用できる。この場合は、少なくとも一種のアニオン界面活性剤を含む噴霧乾燥粒子と造粒することが望ましい。噴霧乾燥粒子は、アニオン界面活性剤に加え、ノニオン界面活性剤等の他の界面活性剤、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸カリウム、黄酸ナトリウム、チリウム等のアルカリビルダー、ゼオライト、硫酸ナトリウム等の無機ビルダー、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム等の有機ビルダー、カルボキシメチルセルロース、ポリエチレングリコール等の再汚染防止剤、酵素、蛍光剤、香料、色素等を含有することができる。

【0025】本発明で得られたアニオン界面活性剤粉体と、少なくとも一種のアニオン界面活性剤を含む噴霧乾燥法により得られた粒状洗剤基材とは、捏和後の粉砕造粒(圧密造粒)または撹拌造粒により、混合・造粒されて粒径200~1000μm、嵩密度0.4~0.9g.ccの粒状洗剤組成物とすることができる。

【0026】捏和装置としては、連続式ニーダー(KRCニーダー;栗本鉄工所社製)、バッチ式ニーダー(縦型ニーダー;DALTIN社製)等が挙げられ、粉砕機としてはフィッツミル(ホソカワミクロン社製)、スピードミル(岡田精工社製)等が挙げられ、粉砕の際にゼオライト、炭酸ナトリウム、ホワイトカーボン等の微細な無機粒子を洗剤粒子100重量部に対して1~20重量部添加することにより粉砕機付着を防ぐことができる。撹拌造粒機としては、レーディゲミキサー(マツボー社製)、シュギミキサー(パウレック社製)、ハイスピードミキサー(深江工業社製)等が挙げられる。

【〇〇27】造粒後の粒状洗剤組成物に対して、流動性

改良剤として粒径 10μ m以下の微粉体ゼオライト等の無機化合物を添加することも可能である。さらに、洗浄性向上剤であるキレートビルダー、酵素等を粉体ブレンドすることも可能である。ここで用いるキレートビルダーとしては、粉体ゼオライト、層状シリケート、マレイン酸ーアクリル酸ナトリウムの共重合体、 β ーアラニンジ酢酸ナトリウム等が挙げられる。また、発塵抑制のために非イオン界面活性剤またはその水溶液等の噴霧や賦香のための香料の噴霧等の処理を行うことも可能である。

[0028]

【発明の効果】本発明によれば、高濃度に界面活性剤を含有したアニオン界面活性剤粉体を効率よく製造することができ、また、この粉体を用いて粒状洗剤組成物を効率よく製造することができる。特に、高温(45℃以上)において流動性が劣化しやすいαースルフォ脂肪酸アルキルエステル塩を含むアニオン界面活性剤粉体あるいは粒状洗剤組成物を容易に製造することができる。

[0029]

【実施例】以下に実施例により本発明より詳細に説明するが、それに先立って実施例に採用した評価方法を説明する。

【0030】(1)粉体の固化性試験法

45℃の雰囲気で、内径50mm、高さ50mmの円筒 状のセルに約60gの試料を入れ、2kgの荷重で3分 間静置して成形した後、取り出して上部から荷重を加 え、破壊する荷重を測定する。

O…0~2 kg

∆…2~4 k g

×…4kg以上

【0031】(2)粉体の安息角測定法

45℃の雰囲気で、約20cmの高さからロートを通して試料粉体を落とし、円錐状堆積層を形成させ、底円の直径と高さから算出する。

安息角 θ : tan θ =高さ/底円の半径

【 O O 3 2 】 実施例 1 ~ 3 (アニオン界面活性剤粉体の 製造)

表 1 に示す α - S F スラリーを縦型撹拌混合機(ダルトン社製)を用いてジャケット温度 9 O $^{\circ}$ の条件で水分を蒸発させ、濃縮品を作製した。ここで、 α - S F としては、脂肪酸残基の炭素数が 1 4 \sim 1 6 0 α - スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩を用いた。

【0033】その後、室温で放置し表1に示す温度まで冷却し、得られた塊状物質をペレッターダブル(不二パウダル社製、EXDFJS-60)を用いて直径約10mm、長さ約15mmのペレットとし、 α -SF純分100重量部に対して表1に示した純分量のゼオライトと共にフィッツミル(ホソカワミクロン社製、DKA-3)に供給し、穴径2mmのスクリーンを取付け15℃の冷風を通して粉砕した後、 α -SF純分100重量部

に対して純分として2重量部のゼオライトを回転ドラム 内で混合し、粉体化品を得た。粉体化品(アニオン界面 活性剤粉体)の性状および組成を表1に示す。

【0034】比較例1,2

比較例1では、表1に示す組成に従って実施例と同様の 操作により冷却工程を経てペレットを作用し、α-SF 純分100重量部に対して純分として20重量部のゼオ ライトと共のフィッミル(ホソカワミクロン社製、DK A-3) を用いて粉砕を試みたが、粉砕は不可であり粉 体化品は得られなかった。

【0035】比較例2では、表1に示す組成に従って、 実施例と同様の操作により、濃縮品を得た。ここで、冷 却工程を経ずに、得られた塊状物質を実施例と同様の操 作によりペレットを作成しα-SF純分100重量部に 対して純分として20重量部のゼオライトと共のフィッ ミル(ホソカワミクロン社製、DKA-3)を用いて粉 砕を試みたが、粉砕は不可であり粉体化品は得られなか った。

[0036] 【表1】

=	-		FF3	ᆂ	:=:	44	*	业八	-
表	1	•	*	m	洒'	1+	RI	粉	14

农工:乔田冶任荆初体					
_		実 施	例	比 較	图
No.	1	2	3	1	2
α-SFスラリー					
純分濃度(%)	50	60	70	50	60
水分(%)	45	34	23	45	34
濃縮品					
水分(%)	9	1	3	15	4
温度(℃)	90	90	90	90	90
冷却後					
温度(℃)	30	70	50	60	90
状態	塊状	塊状	塊状	ペースト状	ペースト制
粉砕助剤ゼオライト(%)	13	3	5	20	20
粉砕機付着	0	0	0	×	, ×
				粉砕不可	粉砕不可
粉体性状					
BD(g/cc)	0. 6	0. 7	0.6	-	_
平均粒径(μ)	400~	400~	400~	-	-
	500	500	500		
安息角(°)	40~50	40~5	0 40~50		
粉体組成					
活性剤濃度(%)	71	85	81	_	_
水分(%)	9. 2	1. 4	3.6		

【0037】 実施例4~13

表2及び表3に示す組成の界面活性剤スラリーを縦型撹 **拌混合機(ダルトン社製)を用いてジャケット温度90** ℃の条件で蒸発させ、濃縮品を作製した。その後、室温 で放置し、表2及び表3に示す温度まで冷却した後、同 表に示した無機粒子(ペレット成形時添加物)を混合 し、得られた塊状物をペレッターダブル(不二パウダル 社製、EXDFJS-60)を用いた直径約10mm、 長さ約15mmのペレットとし、活性剤純分100重量 部に対して純分として表2および表3に示した量のゼオ ライトと共にフィッツミル(ホソカワミンロン社製、D KA-3)に供給し、穴径2mmのスクリーンを取り付 け15℃の冷風を通して粉砕した後、活性剤純分100 **重量部に対して2重量部のゼオライトを回転ドラム内で** 混合し、粉体化品を得た。粉体化品の性状および組成を 表2及び表3に示す。

【0038】比較例3.4

表3に示す組成に従って、実施例と同様の操作により、 粉体化品を得た。得られた粉体化品の性状および組成を 表3に示す。両者とも45℃の流動性と固化性が悪かっ た。

[0039] 【表 2 】

表 2 : 界面活性剤粉体								
				実	施	例		
N	o. [–]	4	5	6	7		8	9
スラリー	O.	-SF	α-SF	α-SF	α-S	F	α-SF	α-SF

(to 4) with -to (0/)						00
純分濃度(%)	50	50	60	60	60	60 .
水分(%)	45	45	34	34	34	34
濃縮品						
水分(%)	5	3	3	3	5	5 .
温度(°C)	90	90	90	90	90	90
冷却後温度(℃)	40	25	50	50	50	50
冷却後状態	塊状	塊状	塊状	塊状	塊状	塊状
ペレット成形時添加物	ゼオ	ライト	K2S04	Na ₂ SO ₄	K2CO3	Na ₂ CO ₃
[対活性剤純分量(%)]	[20]	[10]	[20]	[20]	[5]	[10]
粉砕助剤ゼオライト量(%) 5	5	5	5	5	5
粉体性状						
BD(g/cc)	0.7	0.6	0. 6	0.6	0. 6	0. 6
平均粒径(μ)	400~	400~	400~	400~	400~	400~
	500	500	500	500	500	500
安息角(°)	45	50	50	50	50	45
固化性	0	0	.0	0	0_	0
粉体組成						
活性剤濃度(%)	65. 9	73.6	75. 4	75. 4	76. 7	73. 9
水分(%)	6. 3	4. 1	3. 3	3. 3	5. 4	5. 2

 α - S F : 脂肪酸残基の炭素数が 1 4 ~ 1 6 の α - スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩

【表3】

[0040]

表3:界面活性剤粉体

XO . SI MINI ITANA		施	例		比	較 例
No.	10	11	12	13	3	4
スラリー						
アニオン活性剤(%)	α-SF	α−SF	AOS-K	AS-Na	α−SF	AOS-K
純分濃度(%)	70	70	70	60	60	70
水分(%)	23	23	27	35	34	27
濃縮品 .						
水分(%)	5	7	3	3	3	3
温度(℃)	90	90	90	90	90	90
冷却後温度(°C)	50	40	50	50	50	50_
冷却後状態	塊状	塊状	塊状	塊状	塊状	塊状
ペレット成形時添加物	珪酸Ca	SiO2	ゼオ	ライト	-	_
[対活性剤純分量(%)]	[5]	[5]	[10]	[10]		
粉砕助剤ゼオライト量(%)	10	10	10	10	10	10
粉体性状						
BD (g/cc)	0. 5	0. 5	0. 6	0.6	0. 6	0.6
平均粒径(μ)	400~	400~	400~	400~	400~	400~
	500	500	500	500	500	500
安息角(゜)	50	50	45	50	65	60
固化性	0	_ 0	0	0	×	×
粉体組成						
活性剤濃度(%)	73. 0	71.8	73. 2 .	71.0	77. 3	81.0
水分(%)	5. 6	7. 1	4. 5	4. 5	3. 9	3. 9

 α - S F : 脂肪酸残基の炭素数が 1 4 ~ 1 6 の α - スルフォ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩

AOS-K: 炭素数14~16の α -オレフィンスルホン酸カリウム

AS-Na:炭素数12~16のアルキル硫酸ナトリウム

【0041】実施例14(粒状洗剤組成物の製造) 表4に示す組成に従って、噴霧乾燥により乾燥粒子を得 た。この乾燥粒子と実施例1で得られた界面活性剤粉 体、および非イオン界面活性剤を表4に示す割合でKR Cニーダー(栗本鉄工所社製、S-2)中で圧密混合 し、得られた塊状物をペレッターダブル(不二パウダル 社製、EXDFJS-60)を用いた直径約10mm、 長さ約15mmのペレットとし、粒状洗剤組成物100 重量部に対して6重量部の純分量の炭酸ナトリウムと共 にフィッツミル (ホソカワミクロン社製、DKA-3) に供給し、穴径2mmのスクリーンを取付け15℃の冷 風を通して粉砕した後、粒状洗剤組成物100重量部に 対して純分として2重量部のゼオライトおよび酵素(プ ロテアーゼ) 1 重量部を回転ドラム内で混合し、香料 O. 2 重量部と発塵防止バインダーである非イオン界面 活性剤(炭素数12のアルコールにエチレンオキシドが 20モル付加したアルコールエトキシレート) 0. 6重 量部を噴霧し、粒状洗浄剤組成物を得た。この粒状洗浄 剤組成物の性状を表 4 に示す。

【〇〇42】実施例15(粒状洗剤組成物の製造)表4に示す組成に従って、噴霧乾燥により乾燥粒子を得た。この乾燥粒子と実施例1で得らた界面活性剤粉体、および非イオン界面活性剤を表4に示す割合でレーディゲーミキサー(マツボー社製、M-2〇)中で撹拌造粒し、実施例14と同様の後処理により、粒状洗浄剤組成物を得た。この粒状洗浄剤組成物の性状を表4に示す。【〇〇43】以上、実施例及び比較例から明らかなように、本発明の製法によれば、αースルフォ脂肪酸アネキルエステル塩を高濃度に含有した粉体の効率的な生産が可能となり、その粉体を用いた粒状洗剤の製造が可能と

【0044】 実施例16

なる。

表4に示す組成に従って、噴霧乾燥により乾燥粒子を得た。この乾燥粒子と実施例1で得られた界面活性剤粉体、および非イオン界面活性剤を表4に示す割合でKR

Cニーダー(栗本鉄工所製、S-2)中で圧密混合し、得られた塊状物をペレッターダブル(不二パウダル社製、EXDFJS-60)を用いて直径約10mm、長さ約15mmのペレットとし、粒状洗浄剤組成物100重量部の純分量の炭酸ナトリウム共にフイッツミル(ホソカワミクロン社製、DKA-3)に供給し、穴径2mm、スクリーンを取付け15℃の冷風を通して粉砕した後、粒状洗浄剤組成物100重量部のゼオライトおよび酵素(対して純分として2重量部のゼオライトおよび酵素でリロテアーゼ)1重量部を回転ドラム内で混合し、香料0.2重量部と発塵防止バインダーである非イオンドが20モル付加したアルコールエトキシレート)0.6重量部を噴霧し、粒状洗浄剤組成物を得た。この粒状洗浄剤組成物の性状を表4に示す。

【〇〇45】実施例17(粒状洗剤組成物の製造) 表4に示す組成に従って、噴霧乾燥により乾燥粒子を得た。この乾燥粒子と実施例4で得られた界面活性剤粉体、および非イオン界面活性剤を表4に示す割合でレーディゲーミキサー(マツボー社製、M-2〇)中で撹拌造粒し、実施例16と同様の後処理により、粒状洗浄剤組成物を得た。この粒状洗浄剤組成物の性状を表4に示す。

【0046】比較例5

実施例17と同様の操作で、乾燥粒子と比較例3で得られた界面活性剤粒子を用いて撹拌造粒により、粒状洗浄剤組成物を得た。この粒状洗浄剤組成物の性状を表4に示す。

【OO47】以上、実施例及び比較例から明らかように、本発明の製法によれば、陰イオン性界面活性剤を高濃度に含有し、物性の改良された粉体の効率的な生産が可能となり、その粉体を用いてより物性の良好な粒状洗剤の製造が可能となる。

[0048]

【表4】

		実 が	包 例		_比較例
No.	14	15	16	17	5
乾燥粒子組成(%)					
LAS-K*1	10	10	10	10	10
石鹸	4	4	4	4	4
ゼオライト	14	14	14	14	14
炭酸カリウム	8	8	8	8	8
亜硫酸ナトリウム	2	2	2	2	2
チノパールCBS*2	0. 5	0. 5	0.5	0. 5	0. 5
炭酸ナトリウム	13	19	11	17	21
乾燥条件					
スラリー水分(%)	40	40	40	40	40
熱風温度(℃)	300	300	300	300	300

乾燥粒子性状	0. 35	0. 35	0.35	0. 35	0. 35
B. D. (g/cc)					
水分(%)	6	6	6	6	6
造粒方法	圧密造粒	撹拌造粒	圧密造粒	撹拌造粒	撹拌造粒
配合割合(%)					
乾燥粒子	57.8	63.8	55.6	61.6	66. 1
実施例1の粒子	28. 2	28. 2	30. 4	30. 4	25. 9
<u>非イ</u> オン活性剤* ³	3 ·	3	3	3	3
洗浄剤組成物性状					
ŖD (g/cc)	0. 80	0. 75	0. 80	0.80	0. 80
平均粒径(μ)	450	500	550	500	500
安息角(°)	40~45	40~45	45	45	60

^{* 1)} アルキル基の炭素数が 1 O ~ 1 4 の直鎖アルキルベンゼンスルホン酸カリウム

フロントページの続き

(72)発明者 阿部 誠治

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

^{* 2)} チバ・ガイギー社製の蛍光増白剤

^{*3)} 非イオン活性剤:アルコールエトキシレート(C13アルコールのエチ・レンオキシド20モル付加物)(純分84%)